

DE4011867 Biblio**Conductive, radiation-cured coating materials - contain radiation-curable monomer(s) oligomer(s) and/or polymer(s), mica pigment coated with antimony doped tin oxide photoinitiators, etc.**

Patent Number: DE4011867
Publication date: 1991-10-17
Inventor(s): BASTIAN UDO DR (DE); DIENER WOLFGANG DIPL CHEM DR (DE)
Applicant(s): HERBERTS GMBH (DE)
Requested Patent: ☐ DE4011867
Application Number: DE19904011867 19900412
Priority Number (s): DE19904011867 19900412
IPC Classification: B05D5/12; B05D7/02; C08J7/04; C09D4/00; C09D5/24; C09D7/12; C09D17/00; C09D201/00; C09K3/16; H01B1/14
EC Classification: C09D5/24, H01B1/20
Equivalents:

Abstract

Material (I) for prodn. of electrically conductive coatings contains (A) 99.9-40 pts. wt. monomers, oligomers and/or polymers which are curable with high-energy radiation, (B) 0.1-60 pts. wt. electrically conductive pigment based on mica particles coated with Sb-doped Sn oxide and (C) photoinitiators and opt. normal additives, solvents and/or other pigments; total amt. of (A) + (B) = 100 pts. wt. Pref. solvent is water or water-contg. solvent or an organic solvent; amt. of photoinitiators is 1-10 wt% w.r.t. (A).

USE/ADVANTAGE - (I) is useful for the prodn. of electrically conductive and antistatic coatings (claimed); also claimed is a process for prodn. of a conductive coating by applying a single layer of (I) to a substrate, esp. a plastic substrate, and hardening the coating with high-energy radiation. The invention provides a radiation-cured (esp. UV-cured) coating material for prodn. of antistatic paint, primers for plastics, etc., which gives a high layer thickness even with a single application. (7pp Dwg.No.0/0)

Data supplied from the esp@cenet database - I2

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 40 11 867 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 40 11 867.3
㉑ Anmeldetag: 12. 4. 90
㉒ Offenlegungstag: 17. 10. 91

㉓ Int. Cl.⁵:
C 09 D 5/24
C 09 D 17/00
C 09 D 7/12
C 09 D 4/00
C 09 D 201/00
C 09 K 3/16
H 01 B 1/14
B 05 D 5/12
B 05 D 7/02
C 08 J 7/04

DE 40 11 867 A 1

㉔ // C09D 133/04,163/10,167/06,171/00,175/14,183/07,163/00,C09C 1/28,3/06,C08J 3/28,3/24,C09D 5/36

㉕ Anmelder:

Herberts GmbH, 5600 Wuppertal, DE

㉖ Vertreter:

Türk, D., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat.; Gille, C., Dipl.-Ing.;
Hrabal, U., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anwälte,
4000 Düsseldorf

㉗ Erfinder:

Bastian, Udo, Dr., 4030 Ratingen, DE; Diener,
Wolfgang, Dipl.-Chem. Dr., 5600 Wuppertal, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉘ Leitfähige, strahlenhärtbare Lacke

㉙ Durch Strahlen härtbare leitfähige Überzüge konnten bisher nur unter Verwendung hoher Initiator Mengen in geringen Schichtdicken gehärtet werden. Die neuen Beschichtungsmittel sollen im Einsichtverfahren unter Verwendung geringer Initiator Mengen zu dicken leitfähigen Überzügen führen.

Die Beschichtungsmittel enthalten 99,9 bis 40 Gew.-Teile durch energiereiche strahlenhärtbare flüssige Monomere, Oligomere und/oder Polymere und 0,1 bis 60 Gew.-Teile eines Pigments aus Glimmerteilchen, beschichtet mit Zinn-oxid, das mit Antimon dotiert ist, sowie Photoinitiatoren und gegebenenfalls übliche Hilfsmittel, Lösemittel und/oder zusätzliche Pigmente.

Herstellung leitfähiger durch Strahlen härter Überzüge.

DE 40 11 867 A 1

Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft Beschichtungsmittel zur Herstellung von leitfähigen Überzügen auf der Basis von durch energiereiche Strahlen härtbaren flüssigen Monomeren, Oligomeren und/oder Polymeren.

Elektrisch leitfähige Überzüge auf der Basis strahlenhärtbarer Monomere wurden in der Literatur beschrieben. So wird beispielsweise in der GB-PS 21 11 072 ein durch UV-Strahlen härtbares leitfähiges Lacksystem beschrieben, das Metallpulver, insbesondere Silberpulver in Epoxy- und Acrylatbindemitteln enthält. Derartige Systeme haben den Nachteil, daß sie wegen der geringen Lichtdurchlässigkeit nur in dünner Schicht gehärtet werden können und somit kein dicker Schichtauftrag möglich ist. Darüber hinaus ist bei derartigen Systemen ein hoher Zusatz an Photoinitiatoren erforderlich.

Ähnliche Nachteile ergeben sich bei Metalloxide enthaltenden Systemen, wie sie aus der JP-Patentveröffentlichung 60/1 18 765 bekannt sind.

Ein relativ dicker Schichtauftrag bei derartigen leitfähigen Beschichtungsmassen ist erforderlich, um glatte Oberflächen zu erzielen. Leitfähige Überzüge erfordern eine relativ hohe Füllung mit Ruß, Metallpigmenten oder Metalloxyd-pigmenten. Derartige Pigmente bewirken bei dünnen Schichten die rauhe Oberfläche. Die beim Stand der Technik bisher maximal erzielbaren Schichtdicken lagen bei bis zu etwa 20 µm. Höhere Schichtdicken konnten nur erzielt werden, wenn im Mehrschichtverfahren lackiert und jeweils gehärtet wurde.

Aufgabe der Erfindung ist die Bereitstellung eines Beschichtungsmaterials zur Herstellung leitfähiger Überzüge, das durch Strahlen härtbar ist und hohe Schichtdicken selbst bei Einsicht-Auftrag ermöglicht.

Es hat sich gezeigt, daß diese Aufgabe gelöst werden kann durch ein Beschichtungsmittel auf der Basis von

a) 99,9 bis 40 Gew.-Teile durch energiereiche Strahlen härtbarer flüssiger Monomere, Oligomere und/oder Polymerer, mit

b) 0,1 bis 60 Gew.-Teile eines elektrisch leitfähigen Pigments auf der Basis von Glimmerteilchen, die mit Zinnoxid, das mit Antimon dotiert ist, beschichtet sind. Die vorstehenden Gewichtsteile ergänzen sich auf 100 Gew.-Teile.

Als weitere Komponente enthalten die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel Photoinitiatoren sowie gegebenenfalls übliche Hilfsmittel, Lösemittel, Wasser und/oder gegebenenfalls zusätzlich Pigmente.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungsmassen enthalten durch energiereiche Strahlen härtbare Materialien, bei denen es sich um Monomere, Oligomere oder Polymere beziehungsweise Copolymere handeln kann. Die Überzugsmittel unterliegen keiner Einschränkung. Es kann sich sowohl um radikalisch als auch um ionisch polymerisierbare Überzugsmittel handeln. Bevorzugt sind radikalisch polymerisierbare Überzugsmittel, wobei diese auch günstig mit ionisch polymerisierbaren Überzugsmitteln im Gemisch vorliegen können.

Beispiele für radikalisch polymerisierbare Überzugsmittel sind übliche strahlenhärtbare, insbesondere UV-härtbare Lacke auf der Basis von Monomeren, Oligomeren, Polymeren, Copolymeren oder Kombinationen davon, mit einer oder mehreren olefinischen Doppelbindungen, wie beispielsweise Acrylsäure- und Methacrylsäureester; Beispiele für monofunktionelle Monomere sind Butyl(meth)acrylat und Hydroxyethyl(meth)acrylat, Beispiele für difunktionelle Monomere sind Hexandioldi(meth)acrylat und Dipropylenglykoldi(meth)acrylat und Beispiele für tri- und tetrafunktionelle Monomere sind Trimethylpropantri(meth)acrylat und Pentaerythrit-tri- oder -tetraacrylat. Der hier verwendete Ausdruck (Meth)acrylat bedeutet Acrylate und/oder Methacrylate. Beispiele für Oligomere oder Prepolymere sind (meth)acrylfunktionelle (Meth)-acrylpolymerer, Epoxidharz-(meth)acrylate z. B. Umsetzungsprodukte aus 2 Mol (Meth)acrylsäure und handelsüblichen Epoxidharzen, wie z. B. Epicote® 828, Polyester(meth)acrylate, Polyether(meth)acrylate, Urethan(meth)acrylate, Amin(meth)acrylate, ungesättigte Polyester, ungesättigte Polyurethane, Silicon(meth)acrylate oder Kombinationen davon. Beispiele für derartige härtbare Produkte sind in folgenden Literaturstellen beschrieben: Epox(meth)acrylate in EP-A-00 33 896, EP-A-00 49 922 und US-A-44 85 123; Urethan(meth)acrylate in EP-A-00 53 749, EP-A-02 09 684 und US-A-41 62 274; Polyester(meth)acrylate in EP-A-00 83 666, EP-A-01 54 924 und US-A-39 68 309, Silicon(meth)acrylate in DE-A-38 10 140; DE-A-38 20 294.

Beispiele für ionisch, insbesondere kationisch härtbare Überzugsmittel sind UV-härtbare übliche Lacke auf der Basis von Epoxidmonomeren und Epoxidpolymeren und -copolymeren, sowie Gemischen davon, z. B. Epoxidharze auf der Basis von Umsetzungsprodukten von Bisphenol-A mit Glycidylethern. Beispiele für derartige übliche UV-härtbare Überzugsmittel sind in folgenden Literaturstellen beschrieben: DE-A-29 47 734 und EP-A-00 75 537.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungsmassen enthalten übliche Photoinitiatoren, wie sie für die radikalische und die ionische Polymerisation eingesetzt werden. Geeignet sind beispielsweise Initiatoren, die im Wellenlängenbereich von 190 bis 400 nm absorbieren.

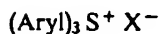
Beispiele für verwendbare radikalische Initiatoren sind chlorhaltige Initiatoren, wie chlorhaltige aromatische Verbindungen, z. B. beschrieben in US-A-40 89 815; aromatische Ketone, wie in US-A-43 18 791 oder EP-A-00 03 002 und EP-A-01 61 463 beschrieben; Hydroxyalkylphenone, wie in US-A-43 47 111 beschrieben; Phosphinoxide, wie in EP-A-00 07 086, 00 07 508 und 03 04 782 beschrieben; wasserlösliche Initiatoren, beispielsweise auf der Basis von Hydroxyalkylphenonen, wie in US-A-46 02 097 beschrieben, ungesättigte Initiatoren wie OH-funktionelle aromatische Verbindungen, die beispielsweise mit Acrylsäure verestert wurden, wie in US-A-39 29 490, EP-A-01 43 201 und EP-A-03 41 560 beschrieben; oder Kombinationen von derartigen Initiatoren, wie sie beispielsweise in US-A-40 17 652 beschrieben werden.

Spezielle Beispiele sind 2-Methyl-2-hydroxy-propiophenon, Benzophenon, Thioxanthonderivate, Acylphosphinoxide und Michlers Keton.

Besonders bevorzugte verwendbare radikalische Initiatoren sind Phosphinoxide und Kombinationen von

Phosphinoxiden mit weiteren üblichen Initiatoren, wie vorstehend beschrieben.

Beispiele verwendbarer kationischer Initiatoren sind Triarylsulfoniumsalze der allgemeinen Formel



worin Aryl einen Arylrest, wie den Phenylrest, darstellt und X^- ein Anion ist, wie SbF_6^- , PF_6^- , AsF_6^- und BF_4^- , wie in US-A-44 17 061, EP-A-03 27 194 und DE-A-29 04 626 beschrieben. Weitere Beispiele für kationische Initiatoren sind Iodoniumsalze und Diazoniumsalze, wie sie beispielsweise in folgenden Literaturstellen beschrieben werden: US-A-44 21 904, EP-A-01 45 633, EP-A-03 10 881, EP-A-03 10 882 (Iodoniumsalze); DE-A-38 08 590 und DE-A-38 08 591 (Diazoniumsalze).

Außer diesen Initiatoren können auch Metallocen-Komplexe eingesetzt werden, wie z. B. beschrieben in EP-A-00 94 915.

In den erfindungsgemäßen Beschichtungsmitteln können die Photoinitiatoren beispielsweise in Mengen von etwa 0,1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf den polymerisierbaren Anteil, verwendet werden. Bevorzugt werden die Photoinitiatoren in Mengen von 1 bis 6 Gew.-% eingesetzt. Bei diesen Mengen handelt es sich um solche, wie sie üblicherweise für nichtpigmentierte Systeme verwendet werden. Bisherige Beschichtungsmittel für leitfähige Systeme wiesen einen wesentlich höheren Initiatorgehalt in Mengen bis zu 20 Gew.-% auf.

In den erfindungsgemäßen Beschichtungsmitteln werden leitfähige Pigmente auf der Basis von Glimmerteilchen, beschichtet mit Zinnoxid, das mit Antimon dotiert ist, eingesetzt. Derartige Pigmente sind handelsüblich. Sie liegen in Form rieselfähiger Pulver vor. Bevorzugt werden erfindungsgemäß plättchenförmige Materialien eingesetzt, die einen Korngrößenbereich von etwa 2–15 µm aufweisen. Es hat sich gezeigt, daß beim Einsatz plättchenförmiger Materialien ein geringerer Pigmentgehalt zu besonders guten Leitfähigkeiten führt.

Die eingesetzten leitfähigen Pigmente basieren auf Glimmerplättchen mit einem Zinnoxidüberzug, der mit Antimon dotiert ist. Derartige Materialien weisen beispielsweise einen Überzug von Zinnoxid auf, der 5–60 Gew.-% des gesamten Plättchens beträgt und einen Gehalt von etwa 0,1 bis 25 Gew.-% Antimon aufweist.

Derartige Überzüge können sich direkt auf den Kern bildenden Glimmerplättchen befinden, oder können zwischen Zwischenschichten beispielsweise aus Titandioxid und/oder Siliciumdioxid vorliegen. Derartige Zwischenüberzüge können beispielsweise 5 Gew.-% und mehr des gesamten beschichteten Plättchens betragen.

Ein Beispiel für handelsübliches Glimmerplättchen ist ein Titandioxid und Siliciumdioxid enthaltendes Material mit der Handelsbezeichnung IRIODIN F® Silber L, mit einem Glimmergehalt von 41 Gew.-%, einem Titandioxidgehalt von 12 Gew.-% und einem Siliciumdioxidgehalt von 4 Gew.-%; diese Plättchen weisen 43 Gew.-% eines Überzugs aus mit Antimon dotiertem Zinnoxid auf; in diesem speziellen Beispiel liegt das Zinn/Antimon-Verhältnis in dem Überzug bei 85/15 Gew.-%.

Die Herstellung derartiger Glimmerplättchen kann beispielsweise nach der JP-Patentveröffentlichung 1 19 886 vom 22. November 1988 erfolgen. Hierzu werden Glimmerplättchen beispielsweise mit einer sauren Lösung von Titantrichlorid behandelt; die Behandlung kann bei erhöhter Temperatur in der Größenordnung von 60°C erfolgen. Durch Hydrolyse bilden sich kleine Titandioxidteilchen, die sich an der Oberfläche der Glimmerplättchen unter Bildung eines durchscheinenden Überzugs abscheiden. Zu einer wäßrigen Dispersion der so gebildeten Plättchen wird eine Lösung von Zinntetrachlorid mit dem gewünschten Anteil an Antimontrichlorid gefügt, in dem die Chloride durch Zusatz von Chlorwasserstoffsäure gelöst gehalten werden. Beim Zusatz der Lösung zu der wäßrigen Dispersion bildet sich ein Überzug aus Zinndioxid, der mit Antimon dotiert ist. Die erhaltenen Plättchen können abfiltriert und gebrannt werden.

Weitere Beispiele für verwendbare Glimmerplättchen, die mit einem mit Antimon dotierten Zinndioxidüberzug versehen sind, gegebenenfalls unter Ausbildung einer Titandioxid- und/oder Siliciumdioxidzwischenschicht, werden in der JP-Patentveröffentlichung 1 19 885 beschrieben.

Neben den durch energiereiche Strahlen härtbaren flüssigen Monomeren, Oligomeren und/oder Polymeren und den vorstehend beschriebenen Pigmenten auf der Basis von Glimmerteilchen, können die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel weitere Zusätze enthalten, wie übliche Hilfsmittel, Lösemittel und/oder zusätzliche Pigmente usw.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel können lösungsmittelfrei appliziert werden, sofern die dazu verwendeten Monomeren, Oligomeren und/oder Polymeren eine applizierbare Viskosität aufweisen. Zur Einstellung der Viskosität können organische Lösemittel oder Wasser eingesetzt werden. Geeignet als organische Lösemittel sind solche, die auf dem Gebiet strahlenhärtbarer Überzüge üblich sind, wie beispielsweise Alkohole, Ester, wie Butylacetat, Butylglykolacetat und Ethoxypropylacetat.

Hilfsmittel, die den erfindungsgemäßen Beschichtungsmitteln zugesetzt werden können, sind dem Fachmann auf diesem Gebiet geläufig. Es kann sich beispielsweise um nicht-reaktive Polymere oder Copolymere handeln, die gewisse Eigenschaften der zu erzielenden Beschichtungen oder Lacke ergeben sollen, wie z. B. eine verbesserte Haftung am Substrat. Es können jedoch auch Oberflächenadditive und Emulgatoren, insbesondere zur Bereitung wäßriger Dispersionen, zugesetzt werden. Weiter können übliche Pigmente und/oder Füllstoffe zusätzlich zu den leitfähigen Pigmenten auf der Basis von Glimmerteilchen zugesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungsmassen sind nach Applikation und gegebenenfalls Abdampfen von Lösemitteln durch Strahlung härtbar. Insbesondere sind sie zur Härtung durch UV-Strahlung oder durch Elektronenstrahlung geeignet. Es sind auch Kombinationen von IR/UV-Strahlung oder IR/Elektronenstrahlung geeignet. Als Strahlungsquellen können übliche für die UV- bzw. Elektronenstrahlung geeignete Quellen eingesetzt werden, wie Quecksilber-Hochdruckstrahler und Quecksilber-Mitteldruckstrahler.

Zur Applikation werden die Beschichtungsmassen auf das zu beschichtende Substrat in üblicher Weise, beispielsweise durch Aufspritzen oder Auftragen, aufgetragen. Anschließend werden gegebenenfalls vorhandene Lösemittel oder Wasser durch Wärmebehandlung (beispielsweise Infrarot-Strahlung oder Heißluft) ver-

dampft. Dann kann die Härtung mit energiereicher Strahlung erfolgen.

Durch die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel wird es möglich, Überzüge in hoher Schichtdicke herzustellen, die durch Strahlen härtbar sind. Die Möglichkeit, dicke pigmenthaltige Überzüge problemlos durch Strahlen auszuhärten, ist von besonderem Vorteil. Bisher war es nämlich nur möglich, pigmentierte Überzüge nur bis zu maximalen Schichtdicken von etwa 20 µm durch Strahlung, insbesondere Ultraviolett-Strahlung, auszuhärten. Erfindungsgemäß hingegen können in Abhängigkeit von der Pigmentkonzentration durch UV-Strahlung Schichtdicken von mehr als 200 µm problemlos ausgehärtet werden.

Die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel können beispielsweise Verwendung finden für die Herstellung von Lacküberzügen mit antistatischer Wirkung. Darüber hinaus sind sie zur Herstellung von leitfähigen Überzügen allgemein und insbesondere für die Herstellung leitfähiger Grundierungen für Kunststoffe geeignet. Besonders günstig sind die erfindungsgemäßen Beschichtungsmittel für den letztgenannten Zweck, da es hierdurch möglich wird, helle oder transparente Grundierungen zu erzielen, die keine Problematik bei der Überlackierung, insbesondere mit hellen Farben, ergeben. Mit den erfindungsgemäßen Überzugsmitteln überzogene Kunststoffmaterialien können beispielsweise in Verbundbauweise mit Metallmaterialien (z. B. im Kraftfahrzeugbau) gemeinsam elektrostatisch überlackiert werden, ohne daß hier Farbunterschiede entstehen.

Bei der Herstellung von Beschichtungen bzw. Überzügen mit den erfindungsgemäßen Beschichtungsmitteln ist es besonders vorteilhaft, daß diese im Einsichtverfahren aufgetragen werden können. Von besonderem Vorteil ist die hohe elektrische Leitfähigkeit, die sich schon bei geringer Pigmentkonzentration ergibt. Ein weiterer Vorteil ist die Einsatzmöglichkeit wäßriger Dispersionen bzw. Lösungen, die keine Lösungsmittelmissionen ergeben.

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung:

Beispiel 1

Herstellung der Harzmischung 1

67,9 g eines Epoxyacrylates (Reaktionsprodukt aus 1mol eines epoxydierten Bisphenol A und 2mol Acrylsäure), werden mit

19,4 g eines difunktionellen Monomeren (Hexandioldiacrylat),

3,0 g eines Photoinitiators (Acylphosphinoxid) und

9,7 g eines Haftvermittlers (OH-funktionelles Polyacrylat)

unter Rühren bei einer Umfangsgeschwindigkeit von 5 bis 10 m · sec⁻¹

Beispiel 2

Herstellung der Harzmischung 2

65,9 g eines Urethanacrylates (Reaktionsprodukt aus 1mol HDI mit 2mol HEA) werden mit

13,6 g eines monofunktionellen Monomeren (Butylacrylat),

13,6 g eines difunktionellen Monomeren (DPGDA),

4,3 g eines trifunktionellen Monomeren (PETA) und

2,6 g eines Photoinitiators gemäß Beispiel 1

wie im Beispiel 1 beschrieben vermischt.

Beispiel 3

Herstellung der Harzmischung 3

Es wurde gearbeitet wie im Beispiel 2, wobei jedoch das Urethanacrylat durch ein handelsübliches Polyesteracrylat ersetzt wurde.

Beispiel 4

Herstellung eines leitfähigen Lackes

Zu der Harzmischung aus Beispiel 1 werden unterschiedliche Mengen Leitpigment unter Rühren hinzugegeben. Dieses System wird auf eine Glasplatte aufgebracht (Rakel), mittels UV-Strahlung gehärtet und anschließend wird der Ableitwiderstand (DIN 53482) gemessen (Tabelle 1).

Tabelle 1

Mischung 1	79,2 g	76,0 g	72,0 g
Leitpigment	0,8 g	4,0 g	8,0 g
Ableitwiderstand	20 M	15—18 M	1—3 M
max. härtbare SD*)	200 µm	200 µm	200 µm

*) Als Leitpigment diente IRIODIN® F STILBER L
SD = Schichtdicke

Beispiel 5

Herstellung eines leitfähigen Lackes

Es wird gearbeitet wie im Beispiel 4 beschrieben. Das erhaltene Gemisch wird mit Lösemittel (Butylacetat) auf Spritzviskosität verdünnt und auf Glasplatten aufgetragen. Das Lösemittel wird durch IR-Strahlung abgedampft und der verbleibende Film wird mit UV-Licht gehärtet. Anschließend wird der Ableitwiderstand gemessen (Tabelle 2).

Tabelle 2

Mischung 1	79,2 g	76,0 g	72,0 g	
Leitpigment	0,8 g	4,0 g	8,0 g	
Butylacetat	20,0 g	20,0 g	20,0 g	
Ableitwiderstand	20 M Ω	16–18 M Ω	1–3 M Ω	15
max. härtb. SD	200 μ m	200 μ m	200 μ m	

Beispiel 6

Herstellung eines elektrisch leitfähigen Lackes

Es wird wie im Beispiel 4 beschrieben vorgegangen, wobei jedoch höhere Konzentrationen an Leitpigment zugesetzt werden. Der Ableitwiderstand wird analog Beispiel 4 gemessen (Tabelle 3).

Tabelle 3

Mischung 1	64,0 g	56,0 g	48,0 g	36,46 g
Leitpigment	16,0 g	24,0 g	32,0 g	38,46 g
Ableitwiderstand	50–100 K Ω	5–7 K Ω	3–5 K Ω	300–500 Ω
max. härtb. SD	> 200 μ m	> 200 μ m	> 150 μ m	> 100 μ m

Beispiel 7

Herstellung eines leitfähigen Lackes

Es wird wie im Beispiel 6 beschrieben gearbeitet, wobei jedoch höhere Konzentrationen an Leitpigment verwendet werden. Es wird mit Butylacetat verdünnt, durch Spritzen auf Glasplatten aufgetragen, das Lösemittel wird abgedampft und die Härtung erfolgt mittels UV-Licht. Der Ableitwiderstand wird gemessen (Tabelle 4).

Tabelle 4

Gemisch 1	64,0 g	56,0 g	48,0 g	38,46 g
Leitpigment	16,0 g	24,0 g	32,0 g	38,46 g
Butylacetat	20,0 g	20,0 g	20,0 g	20,00 g
Ableitwiderstand	50–100 K Ω	5–7 K Ω	3–5 K Ω	300–500 Ω
max. härtb. SD	> 200 μ m	> 200 μ m	> 150 μ m	> 100 μ m

Beispiel 8

Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion nach dem inversen Verfahren

60,0 g einer Harzmischung gemäß den Beispielen 1 bis 3 werden mit 0,6–3,0 g (entsprechend 1–5 Gew.-%) eines Emulgators, eines nichtionischen Tensids (auf Basis polyethoxylierter/polypropoxylierter Sorbitan-Fettsäureester) versetzt, bis zum Erreichen der Verarbeitungviskosität ($\eta < 10\,000$ mPas) erhitzt ($T < 100^\circ\text{C}$) und unter hochtourigem Rühren (Umfangsgeschwindigkeit $> 25\text{ ms}^{-1}$) mit destilliertem Wasser bis zur Phaseninversion W/O-O/W versetzt. Die fertige Emulsion wird unter Rühren (Umfangsgeschwindigkeit 5 bis 10 ms^{-1}) auf Raumtemperatur abgekühlt und mit destilliertem Wasser auf Verarbeitungviskosität verdünnt.

Beispiel 9

Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion nach dem direkten Verfahren

300 g einer Harzmischung aus den Beispielen 1 bis 3 werden mit 3,0–15 g eines Emulgators der in Beispiel 8 beschriebenen Art versetzt, bis zur Fließfähigkeit erhitzt ($T < 100^\circ\text{C}$) und in 150–200 g destilliertem Wasser bei einer Umfangsgeschwindigkeit von mehr als 25 ms^{-1} emulgiert. Die fertige Emulsion wird, wie beschrieben, abgekühlt und mit destilliertem Wasser auf Verarbeitungviskosität verdünnt.

Beispiel 10

Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion nach dem direkten Verfahren

- 5 Verfahren gemäß Beispiel 9 unter Verwendung eines Emulgieraggregates nach dem Rotor-Stator-Prinzip durch Eindüsen der emulgatorhaltigen Harzphase in die Wasserphase in die Zone höchster Scherintensität des verwendeten Aggregates.

Beispiel 11

Herstellung einer Öl-in-Wasser-Emulsion nach dem direkten Verfahren

- 10 Verfahren gemäß den Beispielen 9 und 10, dadurch gekennzeichnet, daß sich der Emulgator in der Wasserphase befindet und das emulgatorfreie Harz in dem emulgatorhaltigen Wasser emulgiert wird.

Beispiel 12

Herstellung eines leitfähigen Lackes

- 20 Eine wäßrige Emulsion (50% Festkörper) der Harzmischung 3 wird unter Rühren mit dem Leitpigment versetzt und auf Glasplatten aufgetragen. Nach dem Abdampfen des Wassers durch Bestrahlen mit IR, wird der verbleibende Film mit UV-Licht gehärtet. Anschließend wird der Ableitwiderstand gemessen (Tabelle 5).

Tabelle 5

25	Emulsions-Festkörper	25,00 g	25,00 g	25,00 g
	Leitpigment	0,25 g	1,25 g	2,50 g
	Photoinitiator	1,50 g	1,50 g	1,50 g
30	Ableitwiderstand	> 20 M Ω	> 15 M Ω	11 – 14 M Ω
	max. härtb. SD	> 200 μ m	> 200 μ m	> 200 μ m

Beispiel 13

Herstellung eines leitfähigen Lackes

- 35 Wie in Beispiel 12 beschrieben wird die wäßrige Emulsion des Polyesteracrylates (50% Festkörper) mit höheren Konzentrationen an Leitpigment versetzt. Es wird auf Glasplatten aufgetragen, das Wasser wird abgedampft und anschließend wird mit UV-Licht gehärtet, worauf der Ableitwiderstand gemessen wird (Tabelle 6).

Tabelle 6

40	Emulsions-Festkörper	25,00 g	25,00 g	25,00 g
	Leitpigment	5,00 g	12,50 g	25,00 g
45	Photoinitiator	1,50	1,50	1,50
	Ableitwiderstand	2,8 – 5 M Ω	1,6 – 1,8 K Ω	1,6 – 2,5 K Ω
	max. härtb. SD	> 200 μ m	> 50 μ m	> 100 μ m

Patentansprüche

- 50 1. Beschichtungsmittel zur Herstellung elektrisch leitfähiger Überzüge, enthaltend
- 55 a) 99,9 bis 40 Gew.-Teile durch energiereiche Strahlen härtbare, Monomere, Oligomere und/oder Polymere,
- b) 0,1 bis 60 Gew.-Teile eines elektrisch leitfähigen Pigments auf der Basis von Glimmerteilchen, beschichtet mit Zinnoxid, das mit Antimon dotiert ist, wobei sich die Gewichtsteile von a) und b) auf 100 Gewichtsteile addieren, und
- 60 c) Photoinitiatoren sowie gegebenenfalls übliche Hilfsmittel, Lösemittel, und/oder zusätzliche Pigmente.
2. Beschichtungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es als Lösemittel Wasser oder wasserhaltige Lösemittel enthält.
3. Beschichtungsmittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es als Lösemittel organische Lösemittel enthält.
4. Beschichtungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es einen Gehalt an Photoinitiatoren in einer Menge von 1 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der strahlenhärtbaren, flüssigen Monomeren, Oligomeren und/oder Polymeren aufweist.
- 65 5. Verfahren zur Herstellung elektrisch leitfähiger Überzüge durch Auftrag eines Beschichtungsmittels auf der Basis von durch energiereiche Strahlen härtbaren flüssigen Monomeren, Oligomeren und/oder Polyme-

ren, zusammen mit elektrisch leitfähigen Pigmenten, Photoinitiatoren sowie gegebenenfalls üblichen Hilfsmitteln, Lösemitteln und/oder zusätzlichen Pigmenten, und anschließende Härtung durch energiereiche Strahlung, dadurch gekennzeichnet, daß ein Beschichtungsmittel auf der Basis von

a) 99,9 bis 40 Gew.-Teile durch energiereiche strahlenhärtbaren flüssigen Monomeren, Oligomeren und/oder Polymeren und

b) 0,1 bis 60 Gew.-Teile eines elektrisch leitfähigen Pigments auf der Basis von Glimmerteilchen, beschichtet mit Zinnoxid, das mit Antimon dotiert ist,

wobei sich die Gewichtsteile von a) und b) auf 100 Gewichtsteile addieren, auf das zu beschichtende Substrat in einer Schicht aufgetragen wird und diese Schicht durch energiereiche Strahlung gehärtet wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß als zu beschichtendes Substrat ein Kunststoffsubstrat verwendet wird.

7. Verwendung der Beschichtungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4 zur Herstellung elektrisch leitfähigen Überzüge.

8. Verwendung der Beschichtungsmittel nach einem der Ansprüche 1 bis 4 zur Herstellung von Antistatik-Überzügen.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65